

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-036429

(43)Date of publication of application : 07.02.1997

(51)Int.Cl.

H01L 33/00

H01L 21/205

(21)Application number : 07-189337

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 25.07.1995

(72)Inventor : IECHIKA YASUSHI  
TAKADA TOMOYUKI  
ONO YOSHINOBU

## (54) FABRICATION OF III-V COMPOUND SEMICONDUCTOR

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To form light emitting elements exhibiting uniform emitting state with high yield by forming a first layer represented by a specified formula and then feeding not a group III material but a carrier gas and/or a group V material prior to growth of a second layer.

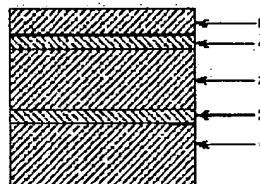
SOLUTION: A buffer layer 2 is grown on a substrate 1 followed by growth of a GaAlbN layer 3, a first layer 4 of III-V compound semiconductor represented by formula I, and a second layer 5 represented by formula II. The layer 4 becomes a quantum well layer by employing a double heterostructure where the band gap of the layers 3, 5 is larger than that of the layer 4 and intensive photoluminescence is generated from the quantum well layer. When a III-V compound semiconductor is employed in a light emitting element, the light emitting elements can be formed with uniform wavelength and intensity in the surface of substrate. The effect is especially conspicuous in a layer containing InN more than the mixed crystal ratio, i.e., 5%.

$$\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_y\text{N} \quad (0 \leq x, y \leq 1, x+y+z=1, 0 \leq x \leq 1, 0 \leq y \leq 1, 0 \leq z \leq 1)$$

I

$$\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_y\text{N} \quad (0 \leq x, y \leq 1, x+y+z=1, 0 \leq x \leq 1, 0 \leq y \leq 1, 0 \leq z \leq 1)$$

II



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 10.09.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 11.01.2005

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2005-02225

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 09.02.2005

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-36429

(43) 公開日 平成9年(1997)2月7日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 33/00 21/205			H 0 1 L 33/00 21/205	C

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平7-189337	(71) 出願人	000002093 住友化学工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
(22) 出願日	平成7年(1995)7月25日	(72) 発明者	家近 泰 茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式 会社内
		(72) 発明者	高田 朋幸 茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式 会社内
		(72) 発明者	小野 善伸 茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式 会社内
		(74) 代理人	弁理士 久保山 隆 (外1名)

(54) 【発明の名称】 3-5族化合物半導体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 均一で歩留りの高い3-5族化合物半導体薄膜を製造できる3-5族化合物半導体の製造方法、特に発光素子として用いたときに発光状態が均一で歩留りの高い発光素子を得ることができる発光素子用3-5族化合物半導体の製造方法を提供する。

【解決手段】 一般式  $In_xGa_yAl_zN$  (ただし、 $x+y+z=1$ 、 $0<x\leq 1$ 、 $0\leq y<1$ 、 $0\leq z<1$ ) で表される3-5族化合物半導体の第1の層を気相成長し、次に一般式  $In_uGa_vAl_wN$  (ただし、 $u+v+w=1$ 、 $0\leq u\leq 1$ 、 $0\leq v\leq 1$ 、 $0\leq w\leq 1$ ) で表される第2の層を気相成長して3-5族化合物半導体を製造する方法において、第1の層を成長した後、第2の層の成長前に3族原料を供給しないで、キャリアガスを供給するかまたはキャリアガスと5族原料を供給する工程を有することを特徴とする3-5族化合物半導体の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】一般式  $In_xGa_yAl_zN$  (ただし、 $x+y+z=1$ 、 $0<x\leq 1$ 、 $0\leq y<1$ 、 $0\leq z<1$ ) で表される3-5族化合物半導体の第1の層を気相成長し、次に一般式  $In_uGa_vAl_wN$  (ただし、 $u+v+w=1$ 、 $0\leq u\leq 1$ 、 $0\leq v\leq 1$ 、 $0\leq w\leq 1$ ) で表される第2の層を気相成長して3-5族化合物半導体を製造する方法において、第1の層を成長した後、第2の層の成長前に3族原料を供給しないで、キャリアガスを供給するかまたはキャリアガスと5族原料を供給する工程を有することを特徴とする3-5族化合物半導体の製造方法。

【請求項2】第1の層の  $InN$  の混晶比が5%以上であることを特徴とする請求項1記載の3-5族化合物半導体の製造方法。

【請求項3】第1の層の層厚が10Å以上500Å以下であることを特徴とする請求項1または2記載の3-5族化合物半導体の製造方法。

【請求項4】第1の層に含まれる  $Si$ 、 $Ge$ 、 $Cd$ 、 $Zn$  および  $Mg$  の各元素の濃度が、いずれも  $10^{19}cm^{-3}$  以下であることを特徴とする請求項1、2または3記載の3-5族化合物半導体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は3-5族化合物半導体の製造方法、特に発光素子用3-5族化合物半導体の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、紫外、青、緑色領域の発光ダイオード（以下、LEDと記すことがある。）または紫外、青、緑色領域のレーザダイオード等の発光素子の材料として、一般式  $In_xGa_yAl_zN$  (ただし、 $x+y+z=1$ 、 $0<x\leq 1$ 、 $0\leq y<1$ 、 $0\leq z<1$ ) で表される3-5族化合物半導体が知られている。

【0003】該化合物半導体はバルク成長では良好な結晶が得られないため、該化合物半導体そのものを基板として用いるホモエピタキシャル成長は困難である。ところで、一般式  $Ga_aAl_bN$  (ただし、 $a+b=1$ 、 $0\leq a\leq 1$ 、 $0\leq b\leq 1$ ) で表される化合物半導体は  $GaN$ 、 $AlN$  等のバッファ層を用いることで良好な結晶性のものを得ることができることが知られている。該  $GaN$ 、 $AlN$  は、該  $In_xGa_yAl_zN$  と同一の5族元素を有し、結晶構造も同じであることなどから、該  $In_xGa_yAl_zN$  は、上記の  $GaN$ 、 $AlN$  上に成長することで高い結晶性のものを得ることができる。

【0004】ところで、該化合物半導体の格子定数は、混晶比により大きく変化する。とくに  $InN$  の格子定数は  $GaN$  または  $AlN$  に対して約12%またはそれ以上大きいので、該化合物半導体の各層の混晶比によって、層と層との間の格子定数に大きな差が生じることが

ある。大きな格子不整合がある場合、結晶に欠陥が生じる場合があり、結晶性を低下させる原因となる。一般に欠陥を多く含んだ結晶を用いて作製した発光素子では高い発光効率を実現するのは難しい。

【0005】格子不整合による欠陥の発生を抑えるためには、格子不整合による歪みの大きさに応じて層の厚さを小さくしなければならない。しかし、膜厚が非常に薄い層を活性層とする場合、発光層の物性は発光層の混晶比または層厚の若干の振れにも影響を受け、全基板面にわたって均一に目的の発光波長、または発光強度の発光素子を作製することが難しかった。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、均一で歩留りの高い3-5族化合物半導体薄膜を製造できる3-5族化合物半導体の製造方法、特に発光素子として用いたときに発光状態が均一で歩留りの高い発光素子を得ることができる発光素子用3-5族化合物半導体の製造方法を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、該3-5族化合物半導体の薄膜の成長条件について鋭意検討の結果、該化合物半導体の薄膜を成長後、次の層を成長するまでに3族原料の供給を止める工程をおくことで高品質で均一な薄膜が得られることを見だし、本発明に至った。

【0008】すなわち本発明は次に記す発明である。

〔1〕一般式  $In_xGa_yAl_zN$  (ただし、 $x+y+z=1$ 、 $0<x\leq 1$ 、 $0\leq y<1$ 、 $0\leq z<1$ ) で表される3-5族化合物半導体の第1の層を気相成長し、次に一般式  $In_uGa_vAl_wN$  (ただし、 $u+v+w=1$ 、 $0\leq u\leq 1$ 、 $0\leq v\leq 1$ 、 $0\leq w\leq 1$ ) で表される第2の層を気相成長して3-5族化合物半導体を製造する方法において、第1の層を成長した後、第2の層の成長前に3族原料を供給しないで、キャリアガスを供給するかまたはキャリアガスと5族原料を供給する工程を有することを特徴とする3-5族化合物半導体の製造方法。

〔2〕第1の層の  $InN$  の混晶比が5%以上であることを特徴とする〔1〕記載の3-5族化合物半導体の製造方法。

〔3〕第1の層の層厚が10Å以上500Å以下であることを特徴とする〔1〕または〔2〕記載の3-5族化合物半導体の製造方法。

〔4〕第1の層に含まれる  $Si$ 、 $Ge$ 、 $Cd$ 、 $Zn$  および  $Mg$  の各元素の濃度が、いずれも  $10^{19}cm^{-3}$  以下であることを特徴とする〔1〕、〔2〕または〔3〕記載の3-5族化合物半導体の製造方法。

## 【0010】

【発明の実施の形態】次に、本発明を詳細に説明する。一般的に該3-5族化合物半導体の結晶成長用基板とし

ては、サファイア、ZnO、GaAs、Si、SiC、NGO (NdGaO<sub>3</sub>)、スピネル (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 等が用いられる。特に、サファイアは透明であり、また大面積の高品質の結晶が得られるため好ましい。

【0011】該3-5族化合物半導体の製造方法としては、分子線エピタキシー（以下、MBEと記すことがある。）法、有機金属気相成長（以下、MOVPEと記すことがある。）法、ハイドライド気相成長（以下、HVPEと記すことがある。）法などが知られている。中でもMOVPE法は大面積に均一な膜形成を行なうことができるため好ましく、本発明の3-5族化合物半導体の製造方法は、MOVPE法による。

【0012】本発明の3-5族化合物半導体の製造方法においては、以下のような原料を用いることができる。即ち、3族原料としては、トリメチルガリウム [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Ga、以下TMGと記すことがある。]、トリエチルガリウム [(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>Ga、以下TEGと記すことがある。]、等の一般式R<sub>1</sub>R<sub>2</sub>R<sub>3</sub>Ga（ここでR<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>は低級アルキル基を示す。）で表されるトリアルキルガリウム；トリメチルアルミニウム [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Al]、トリエチルアルミニウム [(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>Al、以下TEAと記すことがある。]、トリイソブチルアルミニウム [(i-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>3</sub>Al]、等の一般式R<sub>1</sub>R<sub>2</sub>R<sub>3</sub>Al（ここでR<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>は低級アルキル基を示す。）で表されるトリアルキルアルミニウム；トリメチルアミンアラン [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>N:AlH<sub>2</sub>]；トリメチルインジウム [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>In、以下TMIと記すことがある。]、トリエチルインジウム [(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>In]等の一般式R<sub>1</sub>R<sub>2</sub>R<sub>3</sub>In（ここでR<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>は低級アルキル基を示す。）で表されるトリアルキルインジウム等が挙げられる。これらは単独または混合して用いられる。

【0013】次に、5族原料としては、アンモニア、ヒドラジン、メチルヒドラジン、1、1-ジメチルヒドラジン、1、2-ジメチルヒドラジン、t-ブチルアミン、エチレンジアミンなどが挙げられる。これらは単独または混合して用いられる。これらの原料のうち、アンモニアとヒドラジンは分子中に炭素原子を含まないため、半導体中への炭素の汚染が少なく好適である。該3-5族化合物半導体のp型ドーパントとして、2族元素が重要である。具体的にはMg、Zn、Cd、Hg、Beが挙げられるが、このなかでは低抵抗のp型のものがつくりやすいMgが好ましい。Mgドーパントの原料としては、ビスシクロペンタジエニルマグネシウム、ビスメチルシクロペンタジエニルマグネシウム、ビスエチルシクロペンタジエニルマグネシウム、ビスn-プロピルシクロペンタジエニルマグネシウム、ビスi-プロピルシクロペンタジエニルマグネシウム等の一般式(RC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Mg（ただし、RはHまたは炭素数1以上4以下の低級アルキル基を示す。）で表される有機金属化

合物が適当な蒸気圧を有するために好適である。該3-5族化合物半導体のn型ドーパントとして、4族元素と6族元素が重要である。具体的にはSi、Ge、Oが挙げられるが、この中では低抵抗のn型がつくりやすく、原料純度の高いものが得られるSiが好ましい。Siドーパントの原料としては、シラン (SiH<sub>4</sub>)、ジシラン (Si<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)などが好適である。また、キャリアガスとしては、窒素、アルゴン等の不活性ガスが挙げられるが、高純度のものが得られやすいので窒素が好ましい。

【0014】本発明は、一般式In<sub>x</sub>Ga<sub>y</sub>Al<sub>z</sub>N（ただし、x+y+z=1、0<x≤1、0≤y<1、0≤z<1）で表される第1の層を成長した後、一般式In<sub>u</sub>Ga<sub>v</sub>Al<sub>w</sub>N（ただし、u+v+w=1、0≤u≤1、0≤v≤1、0≤w≤1）で表される第2の層を気相成長する前に、3族原料を供給しないで、キャリアガスを供給するかまたはキャリアガスと5族原料を供給する工程を有することを特徴とする。この3族原料を供給せず、成長を中断する工程（以下、成長中断工程と記すことがある。）を有することにより、理由は詳らかではないが、均一な3-5族化合物半導体を得ることができ、特に該3-5族化合物半導体を発光素子に用いたとき、基板面内で均一な波長および強度で発光する発光素子を得ることができる。特に、InNを混晶比で5%以上含む層について顕著な効果がある。該成長中断工程を有することにより、第1の層の結晶を変性させていると考えられる。成長中断時間が充分短い場合、5族原料は供給してもしなくてもよい。しかし、成長中断が長い場合には、5族原料を供給しないと第1の層の結晶性が劣化する場合があるため、5族原料を供給することが好ましい。成長中断を行なう時間は、成長中断を行なう温度、雰囲気等にも依存するが、短かすぎると成長中断の効果は充分でなく、長すぎる場合、目的のInN混晶比を得ることが難しい。好ましい成長中断の時間としては1秒以上60分以下が挙げられ、さらに好ましくは30秒以上30分以下である。

【0015】以下、具体的に成長中断工程の効果を説明する。図1は該化合物半導体を用いて作製できる量子井戸構造の例である。基板1にバッファ層2を成長し、さらに上記Ga、Al、N層3、本発明の第1の層である前記In<sub>x</sub>Ga<sub>y</sub>Al<sub>z</sub>N層4、および本発明の第2の層であるIn<sub>u</sub>Ga<sub>v</sub>Al<sub>w</sub>N層5を成長する。Ga、Al、N層3とIn<sub>u</sub>Ga<sub>v</sub>Al<sub>w</sub>N層5のバンドギャップをIn<sub>x</sub>Ga<sub>y</sub>Al<sub>z</sub>N層4よりも大きくした、いわゆるダブルヘテロ構造とすることでIn<sub>x</sub>Ga<sub>y</sub>Al<sub>z</sub>N層4が量子井戸層となり、量子井戸層からの強いホトミネッセンス（以下、PLと記すことがある。）が観察される。この場合、PLの発光波長はおもに量子井戸層の3族元素の組成と量子井戸層の層厚に依存する。また、PL強度は量子井戸層を含む構造の結晶性を強く

反映し、一般に結晶性が高いほどPL強度は強くなる。このため、図1の構造の半導体をPLを用いて評価することにより、量子井戸層の混晶比、層厚、量子井戸を含む積層構造の結晶性、およびそれらの基板面内での均一性を評価することができる。第1の層の成長後、成長中断を行わず、すぐに第2の層を成長した場合、成長中断を行なった場合に比べて基板面内でのPLの発光波長および強度には強い不均一性が認められ、またPL強度も全体的に弱い。該成長中断時間が長くなるにしたがい、基板面内でのPLの発光波長および強度の均一性が向上し、PL強度も全体的に強くなる。ただし、成長中断時間が長くなるにしたがい、PL発光波長が短くなる傾向があるため、長い時間の成長中断を行なう場合には、第1の層の混晶比を、前記の波長シフトを考慮してあらかじめ調整しておくことが好ましい。上記の例では、第1の層が1つだけであるが、該化合物半導体が複数層積層された構造の場合、各層の成長後に、適切な成長中断工程を設けることで均一性に優れた積層構造を作製することができる。

【0016】次に、本発明の3-5族化合物半導体の製造方法により得られる3-5族化合物半導体を用いて得られる発光素子について説明する。図1に示した量子井戸構造において、発光層4に接する、層3と層5に互いに異なる伝導性を持たせることで、ダブルヘテロ構造の発光素子となる。成長の容易さから、発光層より下の層をn型とするのが一般的である。発光層の成長後、成長中断を行なうことで、均一性に優れた発光効率の高い発光素子の半導体基板を製造できる。活性層に接する層に伝導性を持たせるためにはこれらの層に不純物のドーピングを行なうが、該ドーピングにより、これらの層の結晶性が低下し、その結果発光効率の低下を起こすことがある。このような場合には、活性層とこれらの層の間に不純物濃度の低い層を設けることで、発光効率を向上させることができる。このような構造の例を図2に示す。

【0017】図2は単一の量子井戸層を発光層とした例であるが、発光層として機能する層は複数の層からなる層であってもよい。具体的に複数の層からなる層が発光層として機能する例としては、2つ以上の発光層がこれよりバンドギャップの大きい層と積層されている構造が挙げられる。発光層である第1の層がAlを含む場合、O等の不純物を取り込みやすく、発光層として用いると、発光効率が下がる可能性がある。このような場合には、発光層としてはAlを含まない一般式In<sub>x</sub>Ga<sub>y</sub>N（ただし、x+y=1、0<x≤1、0≤y<1）で表されるものを利用することができる。

【0018】すでに説明したように、該3-5族化合物半導体の格子定数は、混晶比により大きく変化するため、該3-5族化合物半導体の層と層との間の格子定数に大きな格子不整合がある場合、格子不整合による歪みの大きさに応じて層の厚さを小さくしなければなら

い。好ましい厚さの範囲は歪みの大きさに依存する。前記Ga、Al、N上にInN混晶比が10%以上の該3-5族化合物半導体を積層する場合、Inを含む層の好ましい厚さは5Å以上500Å以下である。Inを含む層の厚さが5Åより小さい場合、発光効率が充分でなくなる。また500Åより大きい場合、欠陥が発生しやはり発光効率が充分でなくなる。さらに好ましい厚みの範囲は5Å以上90Å以下である。また、発光層の層厚を小さくすることで、電荷を高密度に発光層に閉じ込めることができるため、発光効率を向上させることができる。このため、格子定数の差が上記の例よりも小さい場合でも、発光層の層厚は上記の例と同様にすることが好ましい。

【0019】発光層に不純物をドーピングすることで、発光層のバンドギャップとは異なる波長で発光させることができる。これは不純物からの発光であるため、不純物発光とよばれる。不純物発光の場合、発光波長は発光層の3族元素の組成と不純物元素により決まる。この場合、発光層のInN混晶比は5%以上が好ましい。InN混晶比が5%より小さい場合、発光する光はほとんど紫外線であり、充分な明るさを感じることができない。In混晶比を増やすにつれて発光波長が長くなり、発光波長を紫から青、緑へと調整できる。不純物発光に適した不純物としては、2族元素が好ましい。2族元素のなかでは、Mg、Zn、Cdをドーピングした場合、発光効率が高いので好適である。特に、Znが好ましい。これらの元素の濃度は、 $10^{18} \sim 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ が好ましい。第3の層はこれらの2族元素とともにSiまたはGeを同時にドーピングしてもよい。Si、Geの好ましい濃度範囲は $10^{18} \sim 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ である。

【0020】不純物発光の場合、一般に発光スペクトルがブロードになり、また注入電荷量が増すにつれて発光スペクトルがシフトする場合がある。このため、高い色純度が要求される場合や狭い波長範囲に発光パワーを集中させることが必要な場合、バンド端発光を利用する方が有利である。バンド端発光による発光素子を実現するためには、発光層に含まれる不純物の量を低く抑えなければならない。具体的には、Si、Ge、Mg、CdおよびZnの各元素について、いずれもその濃度が $10^{19} \text{ cm}^{-3}$ 以下が好ましい。さらに好ましくは $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 以下である。

【0021】バンド端発光の場合、発光色は発光層の3族元素の組成で決まる。可視部で発光させる場合、InN混晶比は10%以上が好ましい。InN混晶比が10%より小さい場合、発光する光はほとんど紫外線であり、充分な明るさを感じることができない。InN混晶比が増えるにつれて発光波長が長くなり、発光波長を紫から青、緑へと調整できる。

【0022】発光層でのInNの混晶比が高い場合、熱的な安定性が充分でなく、結晶成長中、または半導体ブ

ロセスで劣化を起こす場合がある。このような発光層の劣化を防止する目的のために発光層の次に成長する本発明の第2の層に保護機能を持たせることができる。第2の層に十分な保護機能をもたせるためには、第2の層のInNの混晶比は10%以下、AlNの混晶比は5%以上が好ましい。さらに好ましくはInN混晶比が5%以下、AlN混晶比が10%以上である。また、第2の層に十分な保護機能を持たせるためには、第2の層の膜厚は10Å以上1μm以下が好ましい。さらに好ましくは、50Å以上5000Å以下である。保護層の膜厚が10Åより小さいと十分な効果が得られない。また、1μmより大きい場合には発光効率が減少するので好ましくない。

#### 【0023】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### 実施例1

MOVPE法により図1に示す構造の3-5族化合物半導体を作製し、PLのスペクトルを測定し、発光状態の面内分布を評価した。基板として25mm×25mmのサファイアC面を鏡面研磨したものを有機洗浄して用いた。成長は低温成長バッファ層としてGa<sub>0.9</sub>Nを用いる2段階成長法を用いた。常圧で厚みが約2.5μmのGa<sub>0.9</sub>N層3を成長した。次に反応炉圧力を0.5気圧、基板温度を785℃、キャリアガスを窒素とし、キャリアガス、TEG、TMIおよびアンモニアをそれぞれ6slm、0.04sccm、0.4sccm、4slm供給して、本発明の第1の層であるIn<sub>0.9</sub>Ga<sub>0.1</sub>N層4を70秒間成長した。ただし、slmおよびsccmとは気体の流量の単位で1slmは1分当たり、標準状態で1リットルの体積を占める重量の気体が流れていることを示し、1000sccmは1slmに相当する。

【0024】成長中断工程として窒素とアンモニアだけを供給する状態を5分間保持した後、さらに同じ温度にてTEG、TEAおよびアンモニアをそれぞれ0.032sccm、0.008sccm、4slm供給して、本発明の第2の層であるGa<sub>0.9</sub>Al<sub>0.1</sub>N層5を10分間成長した。なお、この層4と層5の層厚に関しては、同一の条件でさらに長い時間成長した層の厚さから求めた成長速度がそれぞれ43Å/分、30Å/分であるので、上記成長時間から求められる層厚はそれぞれ50Å、300Åと計算できる。以上により作製した3-5族化合物半導体試料を、He-Cdレーザの325nmの発光を励起光源として、室温でのPL測定を行ったところ、周辺5mmを除く基板面内の全面で、ピーク波長が5000Å付近の強い発光が認められた。図3に典型的なPLスペクトルを示す。スペクトルのピーク波長での検出器の出力は7.4mVであった。

#### 【0025】実施例2

成長中断工程の時間が2分であることを除いては、実施例1と同様に試料を作製した。この試料の室温でのPL測定を実施例1と同様にして行ったところ、周辺5mmを除く基板面内のうち、部分的にPLの弱い部分も認められたが、大部分は実施例1と同様に強いPLを示した。PLの強い分と弱い部分の典型的なPLスペクトル図4に示す。PLの強い部分と弱い部分の基板面内に占める面積比はおおよそ3:1であった。PLの強い部分と弱い部分からのスペクトルのピーク強度はそれぞれおおよそ4mV、0.17mVであった。

#### 【0026】比較例1

第1の層4の成長後、成長中断を行わずGa<sub>0.9</sub>Al<sub>0.1</sub>N層5を成長したことを除いては実施例1と同様に試料を作製した。この試料について実施例1と同様にして室温でのPLの評価を行ったところ、発光する部分もあるものの、ほぼ全面にわたり発光が認められなかった。最も強く発光する部分のPLスペクトルを図5に示す。ピーク強度は約0.1mVしかなかった。

#### 【0027】実施例3

実施例1と同様にしてGa<sub>0.9</sub>Nバッファ層2を形成し、1100℃でTMG、アンモニアおよびシランガスを供給して、Siをドーブしたn型の膜厚2.5μmのGa<sub>0.9</sub>N層6を成長し、さらに同じ温度にてTMG、アンモニアを供給して、ノンドープのGa<sub>0.9</sub>N層7を1500Å成長する。次に基板温度を785℃まで下げ、窒素をキャリアガスとしてTEG、TMIおよびアンモニアを供給してIn<sub>0.9</sub>Ga<sub>0.1</sub>N層4を50Å成長する。窒素とアンモニアだけを供給する状態を5分間保持した後、さらに同じ温度にてTEG、TEAおよびアンモニアを供給して、Ga<sub>0.9</sub>Al<sub>0.1</sub>N層5を300Å成長する。次に、基板温度を1100℃まで上げ、TMG、Cp2Mg、およびアンモニアを供給してMgをドーブしたGa<sub>0.9</sub>N層8を5000Å成長する。以上により作製した3-5族化合物半導体試料を反応炉から取り出したのち、窒素中でアニール処理を施し、MgをドーブしたGa<sub>0.9</sub>N層を低抵抗のp型層にする。こうして得た試料に常法により電極を形成し、LEDとすることで、基板面内に均一性よくLEDを作製することができる。

#### 【0028】

【発明の効果】本発明によれば、均一で歩留りの高い3-5族化合物半導体薄膜を製造でき、特に発光素子として用いたときに発光状態が均一で歩留りの高い発光素子を得ることができ、きわめて有用であり工業的価値が大きい。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1に関わる3-5族化合物半導体の構造を示す図。

【図2】実施例3に関わる化合物半導体発光素子の構造を示す図。

【図3】実施例1におけるPLスペクトルを示す図。

【図4】実施例2におけるPLスペクトルを示す図。

【図5】比較例1におけるPLスペクトルを示す図。

【符号の説明】

1…基板

2…バッファ層

3…Ga, Al, N層

\* 4…In, Ga, Al, N層

5…In, Ga, Al, N層

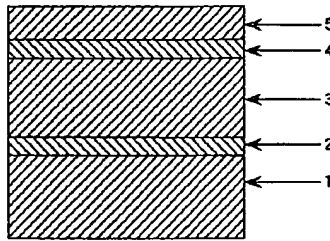
6…n型Ga<sub>0.5</sub>N層

7…ノンドープGa<sub>0.5</sub>N層

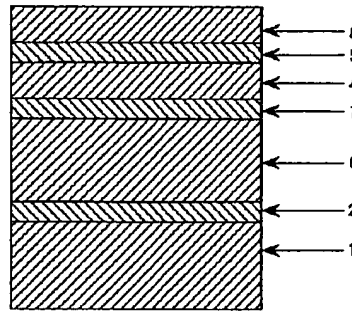
8…p型Ga<sub>0.5</sub>N層

\*

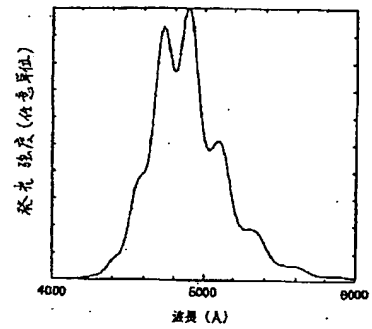
【図1】



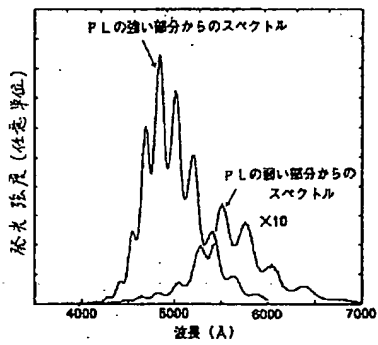
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

